

## ⑪ 公開特許公報 (A)

平1-224020

⑤Int.Cl.  
B 01 D 39/14識別記号  
E-6703-4D

④公開 平成1年(1989)9月7日

審査請求 未請求 請求項の数 11 (全11頁)

⑤発明の名称 繊維質エレクトレットフィルター

⑥特願 平1-14954

⑦出願 平1(1989)1月24日

優先権主張 ⑧1988年1月25日⑨米国(US)⑩147989

⑪発明者 ジョン フレデリック アメリカ合衆国ミネソタ州セントポール, 3エムセンター (番地なし)  
リード⑪発明者 マービン エドワード アメリカ合衆国ミネソタ州セントポール, 3エムセンター (番地なし)  
ジョーンズ⑪出願人 ミネソタマイニング アメリカ合衆国ミネソタ州セントポール, 3エムセンター (番地なし)  
アンド マニュファクチャーリングカンパニー

⑫代理人 弁理士 浅村皓 外2名

## 明細書

## 1. 発明の名称

繊維質エレクトレットフィルター

## 2. 特許請求の範囲

(1) ポリオレフィンの少なくとも1重量%がポリ(4-メチル-1-ベンテン)であることを特徴とする、ポリオレフィン繊維から成る繊維質エレクトレットフィルター。

(2) 前記のポリオレフィンの少なくとも10重量%が、ポリ(4-メチル-1-ベンテン)である請求項1に記載のエレクトレットフィルター。

(3) 前記のポリ(4-メチル-1-ベンテン)の量が、全ポリオレフィン100部当り20重量部までである請求項1または2に記載のエレクトレットフィルター。

(4) 前記のポリオレフィンの少なくとも80重量%がポリプロピレンである請求項1~3の任意の1項に記載のエレクトレットフィルター。

(5) 前記のフィルターが呼吸マスクから成る請求項1~4の任意の1項に記載のエレクトレット

フィルター。

(6) 半硬質、多孔質、カツア形状シェルをさらに含む請求項5に記載のエレクトレットフィルター。

(7) 前記の繊維が、メルトローン微小繊維である請求項5または6に記載のエレクトレットフィルター。

(8) 前記の繊維が、メルトローン微小繊維およびステーブルファイバーの混合物からなる請求項1~7の任意の1項に記載のエレクトレットフィルター。

(9) ガス流体を、少なくとも1重量%のポリ(4-メチル-1-ベンテン)を含有する繊維から成るエレクトレットフィルターに通過させることを特徴とするガス流体から粒状物質を除去する方法。

(10) 前記の繊維が、80~99重量%のポリプロピレンおよび1~20重量%のポリ(4-メチル-1-ベンテン)から成る請求項9に記載の方法。

(11) 前記の繊維が、メルトブローン微小繊維である請求項9または10に記載の方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 技術分野

本発明は、メルトブローン (melt-blown) 微小繊維またはフィルムのフィブリル化によって得られた繊維から製造したエレクトレット (electret) を増強させたフィルター媒質 (さらに簡単に「エレクトレットフィルター」と呼ぶ) に関する。本発明は、流体からの粒子を除去するための繊維エレクトレットフィルターおよびこれらのフィルター製造用の改良された繊維に関する。本発明は特に呼吸マスクおよび通過を促進させる静電荷を受入れ、かつ、油状エアロゾルの存在下で強化されたエレクトレット通過を維持するフィルター媒質の能力の改良に関する。

#### 背景技術

不織布繊維フィルターは、多年にわたり Van Wente 等による「Manufacture of Super Fine Organic Fibers」の表題で 1954 年 5 月 25 日

。

U.S.P. No 3, 841, 953 (Lohkamp 等) には、不織布メルトブローンウエブは 2 種またはそれ以上の熱可塑性樹脂のブレンドをメルトブローすることによって製造でき、かつ、利点の一つは「高価なポリマーの全体の性質をあまり減少させることない該ポリマーを安価なポリマーである程度稀釈できることである」と述べられている。すべての実施例において樹脂の 1 種としてポリプロピレンを使用し、そして、実施例 3においては、「ポリ-4-メチルベンテン-1 (TPX) と Enjay CD 392 ポリプロピレン樹脂とのペレットブレンドをメルトブローして」「ポリ-4-メチルベンテン-1 の量の増加に伴つて「非常に良品質のウエブ」または「耐熱性の改良されたマット」が得られた。

U.S.P. No 4, 215, 682 (Kubik 等) は、メルトブローン微小繊維の通過効率は「メルトブローン繊維がオリフィスから出たとき電子またはイオンのような電気的に帯電した粒子で衝撃され

に出版の Naval Research Laboratories の Report No 4364 に記載されている型のメルトブロー装置を使用してポリプロピレンから製造されてきた。かようなメルトブローンウエブはマスクおよび水フィルターのような粒状汚染物の通過用に広く使用されている。メルトブローンポリプロピレン微小繊維ウエブは、U.S.P. No 3, 627, 677 (Dyrud) および Re. 31, 087 (Sohl) に教示されているように水から油を除去するような他の目的にも使用される。これらの 2 種の特許の各実施例のウエブはポリプロピレン微小繊維製であるが、後者の特許では他のポリオレフィンポリマーの微小繊維によつても十分な結果が得られると述べている、これらの中には一般的にはポリ (4-メチル-1-ベンテン) またはポリ-4-メチルベンテン-1 と呼ばれる「ポリ-4-メチルベンテン」が含まれる。ポリ (4-メチル-1-ベンテン) は、Hitsui Petrochemical Industries, Ltd から「TPX」として入手できる、本明細書ではときどきこれを「PMP」と呼

。

繊維ウエブをエレクトレットにしたとき 2 倍以上に改良されることが教示されている。

Kubik 特許には、メルトブローでき、かつ、「予想される環境条件下で適切な体積抵抗率を有するポリカーボネートおよびポリハロカーボンのような」他のポリマーも使用できると説明されているが、全実施例では Kubik 特許で特に有用であると云われているメルトブローンポリプロピレン微小繊維を使用している。エレクトレット現象を増強させるための他の方法が U.S.P. No 4, 375, 718 (Wadsworth) ; No 4, 588, 537 (Klasse) ; および No 4, 592, 815 (Nakao) に記載されている。

空気から粒状汚染物を除去するための繊維フィルターもフィブリル化ポリプロピレンフィルムから製造される。エレクトレット通過の増強は、U.S.P. Re. 30, 782 (Van Turnhout) および Re. 31, 285 (Van Turnhout 等) に教示されているように、フィルムをフィブリル化する前にフィルムに帯電させることによつて得ることが

できる。

U.S.P. No 4, 288, 584 (Hishra) には、「ポリエステル、ポリカーボネートなどの普通のポリマーは最初から高度に帯電したエレクトレットに配合できるが特に湿気のある条件下では短命である…またポリエチレンおよびポリプロピレンのような簡単なポリオレフインからエレクトレットを製造できることも提案されている…残念ながらこれらのエレクトレットはあまり安定ではない (col. 1 22~31行) と述べられている。

Hishraは、「安定なエレクトレットは分枝側鎖を有する $\alpha$ -オレフインの樹脂状ポリマーであり、少なくとも20%の結晶化度を有し、かつ、構造 $-\text{CH}_2-\underset{\text{R}}{\text{CH}}-$  (式中、Rは3~10個の炭素

原子を有する分枝アルキル基である) を有する反復単位を含むポリマーから得ることができる」ことを見出した。Hishra特許に述べられているエレクトレット構造体は、「マイクロフォン、ヘッドフォンおよびスピーカーのような電気音響装置お

された繊維エレクトレットフィルターは、残念ながら、エーロゾル油に暴露されたときある目的で所望されるより速くそれらのエレクトレット性の増進された滤過効率を失う傾向がある点である。特に呼吸マスクにおいてエーロゾルの存在下で空気フィルターとしての長期効率を改良する必要性が次第に認識されてきた。30.C.F.R. Part II, Subpart Kには、ジオクチルフタレート (DOP) 粒子の油状エーロゾル処理に使用する粒状空気フィルターを試験する現在の試験が記載されている。

#### 本発明の開示

本発明によつて、改良されたエレクトレット滤過増強を有し、かつ、エーロゾル油に暴露されても $100\%$ のポリプロピレン製のエレクトレットフィルターよりはるかに良好に増強効果を保持する繊維エレクトレットフィルターが提供される。本発明の繊維エレクトレットフィルターは、促進老化条件下でも機能的滤過を増進させる電荷を維持する。当業界におけるこの意義ある進歩は、本発明の繊維エレクトレットフィルターが、メルト-

および塵粒防止、高電圧静電気発生器、静電レコーダーおよび他の用途の静電素子としての用途がある」フィルムまたはシートである」 (col. 3 37~43行)。

現在市販されている繊維ポリプロピレンエレクトレットフィルターは、若干のものはメルトプローンポリプロピレン微小繊維製であり、他のものはフィブリル化ポリプロピレンフィルム製であり、Hishra特許の試験条件下では安定なエレクトレット滤過増強を示す。Hishra試験データから、PMPは繊維エレクトレットフィルターとして何等の利点がないようであり、かつ、PMP製の繊維エレクトレットフィルターは市販されていない。Hishra特許の上記の式に該当するポリオレフインのうちで、PMPだけが商用として入手できるものであり、任意の他のポリオレフイン製造用の原料はPMP製造原料より現在のところはるかに高価である。

メルトプローン微小繊維またはフィブリル化フィルムのいずれでも、ポリプロピレンから製造

プローン微小繊維またはフィブリル化フィルムによつて得られた繊維のいずれかによつて製造されたとき実現される。

本発明のエレクトレットフィルターは、少なくとも1重量%のポリ(4-メチル-1-ベンテン)すなわちPMPおよび好ましくはポリプロピレンを含有する繊維から製造される。呼吸マスクのような空気フィルターとして使用されるとき、新規のエレクトレットフィルターは、100%ポリプロピレン繊維から製造された匹敵するエレクトレットフィルターより驚ろくほど良好な滤過性能を有する。この優秀性は下記の「試験」の項目に記載のようにして得られる非常に高品質すなわち「Q」値によつて証明することができる。新規のエレクトレットフィルターのPMP含量が全ポリオレフインのわずか10重量%のときでも、エーロゾル油に暴露されたときのエレクトレット滤過増強を保持するその能力は、100%PMPから製造された匹敵するエレクトレットフィルターの能力と実質的に同等と思われる。

全ポリオレフィン100部当り10重量部未満のPMPの割合のときは、エーロソルに暴露されたときのエレクトレット増強の損失に対する新規のエレクトレットフィルターの耐性は漸減する。しかし、1%の添加でも、油状ミストに暴露されたときの新規のエレクトレットフィルターのエレクトレット増強の安定性は、100%ポリプロピレン繊維から製造されたエレクトレットフィルターに比較して相当改良されている。比較的大きい割合のPMPの使用は現在のところ価格が上昇するため、本発明では主としてポリプロピレンおよび1~20重量%のPMPを含有する繊維のエレクトレットフィルターに関する。現在では、PMPの価格はポリプロピレンの価格の約5~6倍である。

改良されたエレクトレット滤過増強およびエーロソル油に暴露されたときのこの増強の改良された保留は、ポリプロピレンの一部または全部を例えばポリエチレン、ポリ-1-ブテンおよびこれらとポリプロピレンとのコポリマーのような分枝

アルキル基を実質的に含まない1種またはそれ以上の他のポリオレフィンに置き換えたときに得られる。

新規の繊維エレクトレットフィルターはマスクのような呼吸マスクの空気滤過素子としてまたは加熱、換気および空気コンディショニングのような目的用の空気滤過素子として特に有用である。呼吸マスク用途においては、新規のエレクトレットフィルターは、成形または折たたんだ半面マスク、交換可能なカートリッジまたはキヤニスターまたはプレフィルターの形態でもよい。かような用途においては、本発明の空気フィルター素子は、タバコの煙、燃焼エンジンからのヒューム中の油状エーロソルの除去に驚くほど有効である。

#### 本発明の実施のための最良方法

ポリプロピレンおよびPMPの両者は、繊維の導電率を増加させるかまたは繊維の静電荷を受入れ、かつ、保持する能力を妨害する界面活性剤および帯電防止剤のような物質を実質的に含んでいてはならない。Hitsui Petrochemical

Industries, Ltd. によって、「TPX」グレード MX-007 として供給されるPMPはこの要求事項を満足させる。さらに、ポリマーまたはエレクトレットフィルターのいずれも、アノニア露、紫外線照射、熱分解、酸化などのようなその導電率を増加させる可能性のある任意の不必要な処理に処してはならない。

メルトープローン微小繊維から本発明のエレクトレットフィルターを製造する場合に、ポリプロピレンおよびPMPの2種の樹脂のペレットの混合物を直接押出機に投入する代りに、これらを押出機に導入する前にポリプロピレン中へPMPを溶融混合する方法は何等の利点はない。好ましくは比較的高価なPMPの最小量で最適結果を得るためにポリプロピレンコアを取りむPMPのさや(sheath)を使用して同時に押出すことによっても同等な結果が得られる。これに対して、メルトープローン微小繊維中においてわずか1%のPMPの使用によって顕著な成果が得られることは、メルトブロー前に樹脂が完全に混合されている程度

に拘らずPMPが表面に移動しうることを示唆している。

本発明の繊維エレクトレットフィルター用のメルトープローン微小繊維は、典型的には、1~10μmの程度の平均直径を有する、2~7μmの平均直径が好ましい。対照的に、横断面が約10×40μmより小さいフィブリル化フィルム繊維を得ることは困難である。

本発明のエレクトレットフィルターのメルトープローン微小繊維またはフィブリル化繊維は、U.S.P. Re. 30, 782またはRe. 31, 285に記載されている方法または例えばU.S.P. No. 4, 215, 682; 4, 375, 718; 4, 588, 537; または4, 592, 815の方法によつてエレクトレットを帯電させるか、分極させる他の慣用の方法によつて電気的に帯電させることができる。一般に、帯電方法には、物質をコロナ放電またはパルス高電圧で処することが含まれる。

Hishra特許の上記の式の他のポリオレフィンも

本発明の繊維エレクトレットフィルターにおいてPMPと同等のものができるが、市販品がないためそれらの試験は不可能であった。

先行技術の繊維フィルターと同様に、本発明のエレクトレットフィルターは、5~1000g/m<sup>2</sup>の基本重量を有する。メルトープローン微小繊維ウエブの製造における基本重量は、コレクタ-速度またはダイ処理量を変化させることによって制御できる。

#### 試験

繊維フィルターのエレクトレット増強の安定性の直接比較は、フィルターが比較用のために製造された場合でも、標準通過条件に処したときに、典型的に、異なる粒子侵入(Penetration)および異なる圧力降下を示すために実施が困難である。合理的に信頼できる比較は、平らな試料を0.3μmのジオクチルフタレート(DOP)粒子の油状ミストから成るエアロゾル処理に処することによって行うことができる。各試料中の侵入(「pen」)および各試料を通過するときの圧力

降下(水のmmで示す「△D」)を一定の流速で測定し、そして、次式によつて侵入の自然対数( $\ln$ )から品質値[ $(\text{mm H}_2\text{O})^{-1}$ で示す「Q」]の計算に使用する：

$$Q = -\frac{\ln(\text{pen})}{\Delta D}$$

比較的高い初期Q値は、比較的良好な初期通過性能を示す。減少したQ値は、減少した通過性能に実際に相関する。

本発明のポリプロピレン/PMPウエブと100%ポリプロピレンウエブ並びに100%PMPウエブとの比較の場合に、比較ウエブは実質的に同じ固形性、有効繊維直径および繊維表面積を有するように選択する。(固形性および有効繊維直径に関しては、Davies, C.N. 「The Separation of Airborne Dust and Particles」 Institution of Mechanical Engineers, London Proceedings 1B, 1952を参照)。基本重量は、100%ポリプロピレンでは0.90g/cm<sup>3</sup>、100%PMPでは0.83g/cm<sup>3</sup>のホ

モポリマー密度に基づく繊維の同容積が得られるように選択する。ポリプロピレンとPMPとのフレンドから製造された繊維の基本重量は、これら2つの値の一次補間によつて選択する。

試験すべき各ウエブを直径5.25インチ(13.3cm)の円形に切断し、これをATI Q127DOP Penetrometerに取付け、直径4.5インチ(11.4cm)の試験面積をエアロゾル処理を行う。比較試験は次の「老化試験」および「負荷試験」の両者によつて行つた。

#### 老化試験

各被験エレクトレット媒質またはウエブの試料を70°Cで炉中に置いた。一定時間後に若干の試料を取り出し、DOPエアロゾル処理を約100mg/m<sup>3</sup>の濃度および32ml/分の流量で20秒間個々に行つた。侵入および圧力降下を記録する。

#### 負荷試験

エレクトレットフィルターを、通常の室温で、濃度を0.15~0.2g/m<sup>3</sup>の範囲内にできるだけ維持して46.7ml/分の流量でDOPエ

アロゾル処理を行つた。DOPの侵入(Pen)および圧力降下(△D)を30分間にわたつて監視した。試料は曝露の前および後で秤量してDOPの数値積算のための基線を準備した。DOPは単分散粒度分布を有するものと仮定する。多層試験片は試料の不規則性の影響を最小にする。

積算全DOP蓄積は、1分間間隔での質量蓄積の合計である。1分間の質量蓄積は、一定流量およびDOP濃度であると仮定して、測定DOPに(1-pen)および試料を通過するエアロゾルの容積を乗することによつて計算される。かようにすることにより計算に使用するDOP濃度値を計算質量の増加が秤量質量増加に一致するように選ぶことができる。計算DOP質量増加と秤量質量増加との間の一一致は、全試験間隔のDOP濃度を5%未満に調整することによつて達成される。

今日までの試験では、本発明のエレクトレットフィルターでは、同じDOP負荷で100%ポリプロピレンの比較しうるエレクトレットフィルターより大きい圧力降下の増加を経験している。

次の実施例において、全組成物は重量で示し、PMPはMitsuiからの「TPX」グレードMX-007であり、そして、ポリプロピレンはFina Oil and Chemical CO. からのメルトフローインデックス12の樹脂であった。

#### 実施例1

それらの繊維の化学組成以外は互にできる限り同じになるように多数の不織布メルトプローラン微小繊維エレクトレットフィルターを製作した。エレクトレットフィルターの1種は、100%ポリプロピレンであり、他は100%PMPであり、そしてさらに他のものはPMPの割合が0.2%、1%、10%、30%および50%（全ポリプロピレン+PMPに基づいて）であるポリアプロビレンとPMPペレットの混合物から押出した微小繊維から製作した。各エレクトレットフィルターにおいて、有効繊維直径を6.5~7.5μmの間に調節し、そして、ウエーブの因形度を5~6%の間に調節した。各円形〔5.25インチ（13.3cm）〕試験試料の質量は、100%ポ

リプロビレンのときは0.71gであり、100%PMPのときは0.66gであり、ポリプロピレンとPMPのブレンドではこれらの2つの値の一次補間であった。

10%以上のPMPを含有する各エレクトレットフィルターは、100%ポリプロピレン製より軟かい感触であり、100%PMP製のフィルターと比較しても同じ軟かい感触であった。

各時間間隔での10個の単層エレクトレットフィルターの老化試験で得られた平均Q値を第I表に報告する。0%、1%、10%、30%、50%および100%PMPを含有する試料の平均Q値を第1図にプロットする。

第I表

%PMP	平均Q値			
	初期	8時間(70°C)	24時間(70°C)	72時間(70°C)
0	1.23	0.79	0.74	0.64
0.2	1.19	0.72	0.65	0.60
1	1.55	0.98	1.02	0.85
10	1.39	0.95	0.90	0.89
30	1.45	1.09	0.95	0.84
50	1.54	1.07	1.06	0.95
100	1.71	1.37	1.21	1.05

本実施例のエレクトレットフィルターの単一層試料の負荷試験で得られた蓄積DOP質量を第II表に示す、この値はQ値が最初の値の75%に低下した点およびQ値が最初の値の50%に低下した点の両者を示す。これらの点で求められたDOPの質量を(1-den)の数値積算から測定した。0%、1%、10%、30%、50%および100%PMPを含有する試料の平均値を第2図にア

ロットする。

第II表に報告する比較的低いQ値は、老化試験に比較して負荷試験における比較的高い流速による。

%PMP	初期Q	0.75 QでのDOP	0.5QでのDOP
		負荷(mg)	負荷(mg)
0	0.57	8.7	24.9
0	0.55	8.6	27.9
0.2	0.57	7.7	23.9
0.2	0.55	9.3	24.8
1	0.64	17.2	55.8
10	0.73	17.9	72.2
10	0.69	17.7	90.0
30	0.78	16.0	52.7
50	0.76	14.4	58.0
50	0.75	16.0	66.0
100	0.88	18.2	74.2

## 実施例2

実施例1のエレクトレットフィルターを負荷試験において4-層フィルターとして試験し、第Ⅲ表に報告する結果を得た。これらの結果を第3図にプロットした。同じ負荷試験において得られたデータを第4図にプロットした。

第Ⅲ表

%PMP	初期Q	0.75 QでのDOP	0.5QでのDOP
		負荷(㎎)	負荷(㎎)
0	0.49	42.5	132.9
1	0.51	91.4	>220
10	0.58	115.6	>220
30	0.62	91.5	>220
50	0.65	88.6	>220
100	0.72	152.1	>220

## 実施例3

フィルムをフィブリル化し、10×40μの

横断面を有する繊維にし2種の不織布エレクトレットフィルターを製造した。最初のフィルターは同時に押出によって2層のフィルムを形成し、これをフィブリル化した。これらの層のうちの一層は30%PMPおよび70%ポリプロピレンのブレンドであり、他の一層は100%ポリプロピレンであり、フィブリル化繊維の全PMPは15~16%であった。

対照として、両層共に100%ポリプロピレンであつたのを除いてできるだけ最初のフィルターと同じになるように製造した。

第Ⅳ表には、100%ポリプロピレン(0%PMP)繊維から製造した5試料の対照との比較した実施例3の5試料(単一層)のエレクトレットフィルターの表示した時間での老化試験の平均結果を報告する。これらの平均質量(直径13.3cmの円形試験試料の)は、実施例3のフィルターでは2.58g、そして0%PMP対照フィルターでは3.12gであつた。

第Ⅳ表

%PHP	初期	平均Q値	
		12時間(70℃)	24時間(70℃)
0	4.3	4.0	3.6
~15	5.2	4.6	3.9

第5図にはDOP蓄積の増加量に伴う実施例3の3層フィルターのQ値のプロットを示す。

第Ⅴ表には、実施例3のエレクトレットフィルターの負荷試験において最初の値の75%または50%のQ値に低下させるのに必要なDOPの量を報告する。試験は単層および多層フィルターについて行った。後者は実質的に同じ質量(直径13.3cmの円形試験試料)を得るために異なる層数を使用した。

第Ⅴ表

%PMP	層(枚)	単一層フィルター		
		0.75 QでのDOP負荷(㎎)	0.5QでのDOP負荷(㎎)	
0 <sup>1</sup>	1.785	2.13	12.9	28.5
0 <sup>2</sup>	2.849	1.79	13.8	34.2
15 <sup>2</sup>	2.448	1.95	20.0	50.1
100 <sup>1</sup>	1.644	1.53	15.8	38.0

多層フィルター

%PMP	層の数	多層フィルター		
		質量(㎎)	初期Q	0.75 QでのDOP負荷(㎎)
0 <sup>1</sup>	6	8.947	2.31	64.7
0 <sup>2</sup>	3	8.740	1.88	48.7
15 <sup>2</sup>	3	8.642	1.98	81.3
100 <sup>1</sup>	6	8.380	1.55	73.8

注 1. 単層フィブリル化フィルム繊維

2. 2層向時押出フィブリル化フィルム繊維

実施例4

実施例1に記載した3種の不織布微小繊維エレクトレットフィルター、すなわち、100%ポリプロピレン、100%PMPおよび10%PMPフィルターを成形カツア形状呼吸マスクに次のように組込んだ：

実施例1のエレクトレットウェアの約20cm×20cm片（または表示のような片）の上に軽量繊維ポリプロピレンカバーウェア（Softline Development Brand #6724、約33g/m<sup>2</sup>、Scottpaper CompanyのディビジョンであるScott Nonwoven製）の約20cm×20cm片を重ねることによってカツア形状「予備一成形」遮過層または遮過体を製造し、半分に折たたんでラミネートを形成し、カバーウェアが構造体の外層を構成する約20cm×20cmの構造体を製造した。この構造体をヒートシールして、構造体のほぼ上部<sup>1/4</sup>を横切る（折目近くで）全般的に正弦波形眼を形成した。結合線と折目間の余分の物質は切り取り、得られた封止構造を開いて、ポリプロピ

レンカバーウェアの外層およびエレクトレットフィルターウェアの内層を有する実質的にカツア形状の「予備成形」遮過体を形成した。

次いで、「予備成形」遮過体を半剛性、多孔質、カツア形状シエル上に置き、3構成材料を呼吸マスクの外周で互にヒートシールした。呼吸マスクをATI Q127 DOP Penetrometerに取付けられた端末に取付け、上記した「負荷試験」に記載したように各呼吸マスクについてDOP透過およびQ値を測定した。

第VI表には1または2層の遮過層を有する呼吸マスクの初期透過およびQ値並びに100mgの外層DOP負荷での透過およびQ値を報告する。

第VI表

## 単一遮過層

%PMP	初期		100mgDOPの負荷	
	Pen (%)	(Q)	Pen (%)	(Q)
0	15.9	0.55	53	0.17
10 (# 1)	8.9	0.62	21	0.36
10 (# 2)	7.4	0.63	18	0.37
100	8.5	0.76	19	0.47

第VI表

## 単一遮過層

%PMP	初期	Q	0.75 Qでの	0.5Qでの
			DOP負荷 (mg)	DOP負荷 (mg)
0	0.55		25	54
10 (# 1)	0.62		49	132
10 (# 2)	0.63		53	132
100	0.76		51	156

## 2遮過層

	0 (# 1)	0 (# 2)	10 (# 1)	10 (# 2)	100
0.53	2.6	3.2	0.73	0.72	0.78
0.50	16	19	1.8	1.8	1.9
0.25	0.53	0.50	0.43	0.41	0.56

## 2遮過層

	0 (# 1)	0 (# 2)	10 (# 1)	10 (# 2)	100
0.53	43	35	105	102	105
0.50	94	87	>257	>250	>257
0.25					

本実施例の呼吸マスクのDOP負荷データも分析し、そのデータを第VI表に報告する。これらの呼吸マスクは複雑であるから、平らな構造のエレクトレットフィルターから得られた実施例1～3に報告したデータの方が有意義であろう。

第1図の曲線10は未老化メルトープローン微小繊維のQ値を示すが、わずか1%のPMP含量の未老化メルトープローン微小繊維エレクトレットフィルターは驚くほど高いQ値であることを示す。1%PMPのQ値は、100%ポリプロピ

レン繊維のエレクトレットフィルターのQ値より比較しうる100%PMPエレクトレットフィルターのQ値に近い。

第1図の曲線12および14は、それぞれ24および72時間後の老化試験において得られたQ値を示す。表示時間の老化の後に、1%PMPおよび99%ポリプロピレンのブレンドから製造されたメルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターは極めて良好なQ値を有する。

第2図を参照すると、曲線20および22はポリプロピレンと種々の割合のPMPとのブレンドから製造された単一層メルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターの負荷試験で得られたDOP負荷を示す。曲線20は、初期Q値の50%でのDOP負荷を示し、曲線22は初期Q値の75%でのDOP負荷を示す。曲線20から10%PMPと90%ポリプロピレンとから製造されたメルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターは、負荷試験においてQ値がその初期Q値の50%に低下するまで負荷させたとき驚くほ

ど多量のDOPを保持することが分かる。曲線22からは、1%PMPと99%ポリプロピレンのブレンドから製造されたメルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターは、負荷試験においてそのQ値が初期Q値の75%に低下するまで負荷させたとき、PMPの比較的高いパーセントのPMPから製造されたメルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターと同じように多量のDOPを保有することが分かる。

第3図を参照すると、曲線30はポリプロピレンと各種の割合のPMPとから製造された4-層メルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターの負荷試験において、そのQ値が初期Q値の75%まで低下したときに得られたDOP負荷(第III表に記載のように)に示す。曲線30から、10%PMPおよび90%ポリプロピレンのブレンドから製造されたエレクトレットフィルターは、これより高いPMP%から製造されたメルトーブローン微小繊維より多くのDOPを保有することが分かるであろう。第3図における点32は、1

00%ポリプロピレンから製造した4-層メルトーブローン微小繊維エレクトレットフィルターの負荷試験における初期Q値の50%でのDOP負荷を示す。第III表に示したように、1%以上のPMPを含有する比較しうる試験試料は、負荷試験における30分以内の露露では初期Q値の50%には低下しないことは、100%ポリプロピレン微小繊維から製造されたのを除いては比較できるエレクトレットフィルターとは異なり油状ミストに対してはるかに良好な耐性を有することを証明している。

第4図において、40~45の各曲線は、PMPの割合が:

曲線	% PMP
40	0
41	1
42	10
43	30
44	50
45	100

であるポリプロピレンとPMPとを使用して実施例2に記載のように製造した不織布4-層エレクトレットフィルターの負荷試験においてDOP蓄積量の増加に伴うQ値のプロットである。曲線41はわずか1%のPMPを含有する繊維エレクトレットフィルターは、100%ポリプロピレンを基材とする以外は実質的に同じであるフィルター(曲線40)より油状ミストに露露したとき過度性能の劣化に対して有意に大きい耐性を有することを示す。曲線42、43および44は、PMP含量10%から得られた結果がこれよりはるかに高いPMP含量の結果に匹敵することを示し、PMP含量を10%以上に上げる必要がなく、これより高いPMP割合を使用するものに比較して実質的に経済的であることを再び立証している。

第5図の曲線は、実施例3に記載のように製造した15%PMPと85%ポリプロピレンとの不織布3-層エレクトレットフィルターの負荷試験におけるDOP蓄積量の増加に伴うQ値のプロットである。曲線52は100%ポリプロピレンか

ら製造されたのを除いては実質的に同じであるエレクトレットフィルターの比較しうるプロットを示す。曲線50と52との比較では、繊維がフィブリル化フィルムである本発明のPMP-含有エレクトレットフィルターは袖状ミストに暴錆したとき、100%ポリプロピレンであるフィブリル化フィルターを基材とする以外は比較しうるエレクトレットフィルターよりそれらの滤過能力を良好に保持することを示唆している。

PMPを分枝側鎖を有し、かつ、Hishra特許の前記の構造の範囲内に入る他のポリオレフィンに置き換えるても本発明の目的は達成されると考えられる。上記したように、これらの他のポリオレフィンが現在入手できないためにそれらの有用性を実証することができない。

本発明のエレクトレットフィルターは繊維の混合物から製造でき、これらの繊維のあるものはPMPとポリプロピレンとの両者を含有し、他の繊維は100%PMPおよび100%ポリプロピレンまたはステーブルファイバーのような他の種類

である。本発明のエレクトレットフィルターは、また、メルト-ローン微小繊維とフィブリル化-フィルム繊維の混合物であり、これらのあるもの、または全部がPMPおよびポリプロピレンの両者を含有する該混合物からも製造できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、ポリプロピレンおよび種々の割合のPMPとから製造した種々の単一層繊維エレクトレットフィルターの老化試験において得られたQ値( $\text{mH}_2\text{O}^{-1}$ )を示す。

第2図は、ポリプロピレンおよび種々の割合のPMPから製造した単一層繊維エレクトレットフィルターの負荷試験において得られたDOP蓄積を示す。

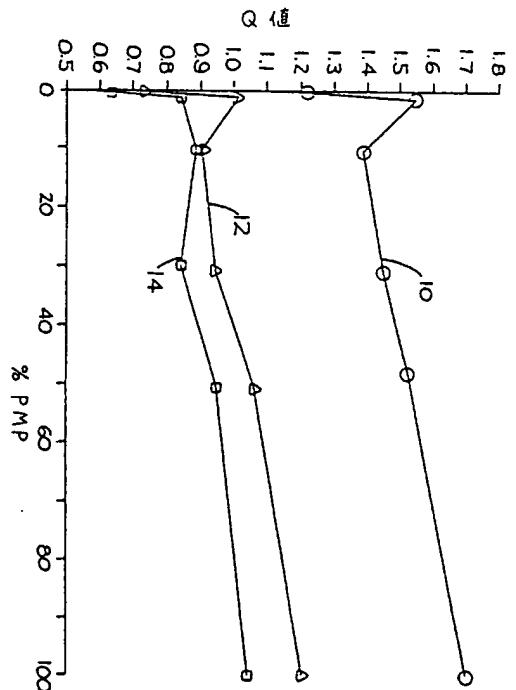
第3図は、第2図に示した試験において使用したのと同じ媒質から製造した多層エレクトレットフィルターの負荷試験におけるDOP蓄積を示す。

第4図は、第2図に示した試験において使用したのと同じ媒質から製造した多層エレクトレットフィルターの負荷試験において得られたDOP負

荷量の増加に伴うQ値を示す。

第5図は、フィブリル化フィルムから製造した2種の3-層エレクトレットフィルターの負荷試験において得られたDOP負荷量の増加に伴うQ値を示す。

代理人 浅村 篤



第 一 図

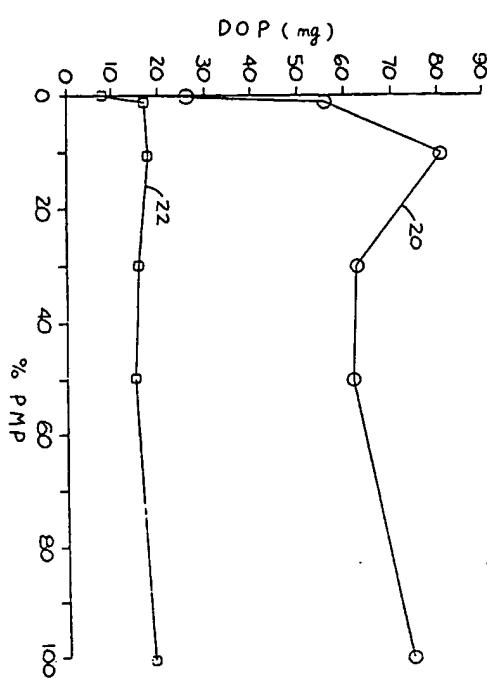


図 2 図

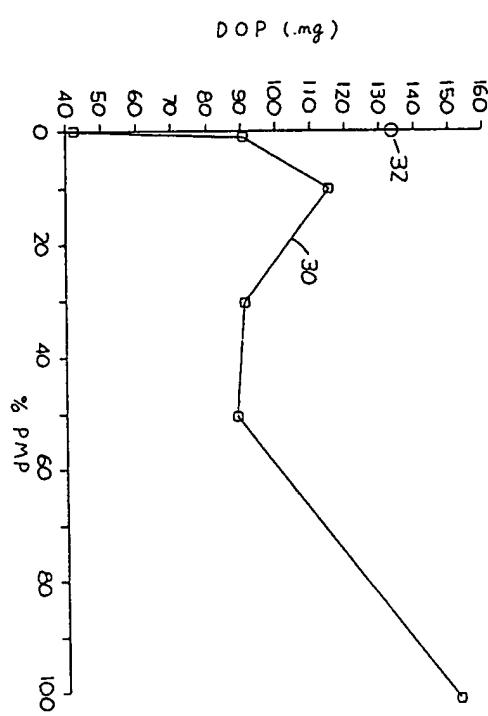


図 3 図

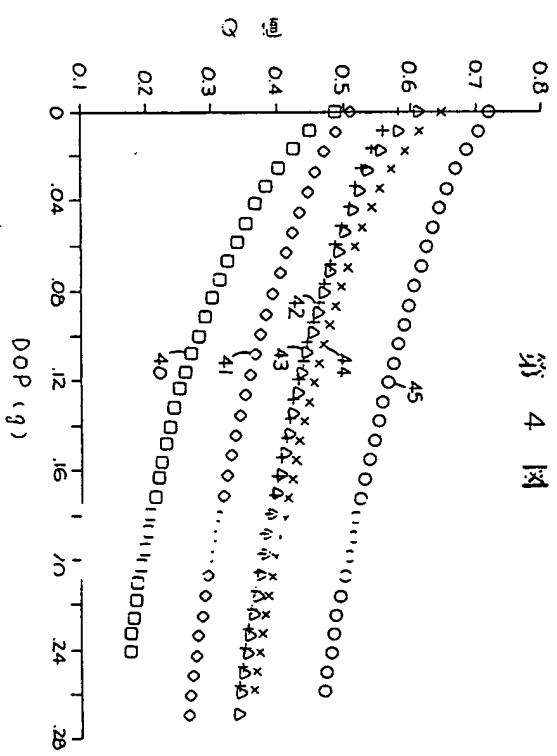


図 4 図

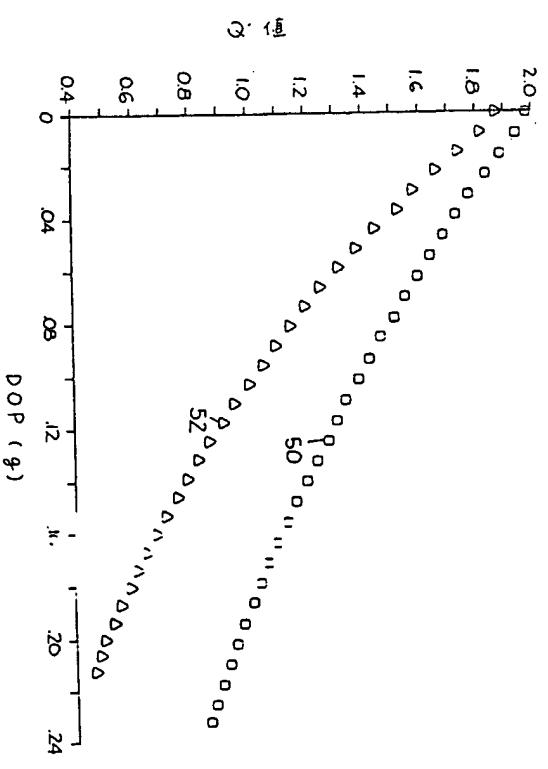


図 5 図